

E7

Translation

(Unexamined)

JP Patent Appln. Disclosure No. 62-005939 – January 12, 1987

Appln. No. 60-143921 – July 2, 1985

Applicants: Mitsui Toatsu Kagaku K. K., Tokyo

Title: Process for the preparation of triethanolamine free from coloration by acids

(Single) Claim:

Process for the preparation of triethanolamine free from coloration due to neutralization with an acid, which comprises reaction of ethylene oxide and ammonia, separation of monoethanolamine and diethanolamine from the reaction product, heat treatment of the crude triethanolamine obtained at 170 to 250 °C for 1 to 10 hours under exclusion of oxygen, and subsequent distillation of the heat-treated crude triethanolamine under reduced pressure.

Descriptive part of the invention:

[Industrial field of application]

The present invention relates to a process for the preparation of triethanolamine, in particular, triethanolamine which is not colored when neutralized with an organic or inorganic acid.

[Conventional technology]

Triethanolamine is usually prepared by reaction between ethylene oxide and aqueous ammonia. Following separation of unreacted ammonia, the reaction product discharged from the reactor is sent to a stopper for the removal of water content, yielding mixed ethanolamine containing mono-, di-, and tri-ethanolamines. The mixed ethanolamine is sent to the first distillator for the separation of monoethanolamine by

distillation under reduced pressure and the bottom solution is sent to the second distillator for the separation of diethanolamine by distillation under reduced pressure. Then the bottom solution is sent to the third distillator for the separation of triethanolamine by distillation under reduced pressure. Triethanolamine thus obtained usually contains 4 to 10 wt.-% of diethanolamine and, therefore, is further distilled under reduced pressure in order to separate the diethanolamine. Alternatively, the bottom solution of the second distillator is separately sent to another distillator for the separation of low boiling components by distillation under reduced pressure and then the bottom solution obtained is sent to still another distillator for distillation under reduced pressure in order to obtain high purity triethanolamine.

[Problems to be solved by the invention]

Triethanolamine is employed as raw materials of cosmetics, detergents, emulsifiers, etc. in the form of fatty acid amide or higher alkylsulfate.

It is, therefore, required that triethanolamine is highly pure and free from abnormal coloring in secondary reaction conducted when used, such as neutralization with an organic acid, such as acetic anhydride, citric acid, sulfuric acid, hydrochloric acid, and phosphoric acid, or an inorganic acid. The conventional preparation processes can provide highly pure triethanolamine. However, it is very difficult in such processes to obtain high-quality triethanolamine which has good hues and colors little with an acid and, at the same time, does not develop such properties with time after production. It is required for obtaining highly pure and high-quality triethanolamine by the conventional processes to thoroughly separate the low and high boiling fractions by raising the reflux ratio of the distillation tower and increasing the distillation amount or the amount extracted from the tower bottom. As a result, the yield is lowered, causing economical disadvantage, and the coloring in neutralization with an acid being not so

much improved in spite of such efforts.

Therefore, various processes for the preparation of highly pure triethanolamine which is not so significantly colored when neutralized with an acid have been suggested. In JP Patent Publn. No. 41-13978, for example, there is disclosed a process for the prevention of poor hues and citric acid-coloring over a long period by addition of alkali borohydride to triethanolamine obtained by distillation. However, the additive is expensive and effective for the improvement of hues and coloring with citric acid only immediately after the treatment if used in a small amount and, therefore, must be added in a considerable amount in order to prevent changes in such properties with time. As a result, the product cost is increased.

In JP Patent Appln. Disclosure No. 56-2942 there is also disclosed a process for the prevention of coloring in neutralization with an acid by contacting of triethanolamine with an oxygen-containing gas at 25 to 100 °C immediately after distillation under reduced pressure.

The process, however, is effective for the improvement of coloring caused by neutralization with acetic anhydride, sulfuric acid, etc., but not so effective with phosphoric acid. Furthermore, the process generally brings about poor hues on the other hand.

The purpose of the present invention is, therefore, to provide a process for the preparation of highly pure triethanolamine which is little colored when neutralized with an acid.

[Means of solution of the problems]

The present inventors have made various efforts in order to solve the above problems, completing the present invention.

The present invention is a process for the preparation of triethanolamine free from coloring in neutralization with an acid, which comprises reaction of ethylene oxide and ammonia, separation of monoethanolamine and diethanolamine from the reaction product, heat treatment of the crude triethanolamine obtained at 170 to 250 °C for 1 to 10 hours with oxygen stopped, and subsequent distillation of the heat-treated crude triethanolamine under reduced pressure.

The present invention is described in further detail below.

The present crude triethanolamine is separated by the ordinary process from a mixture of ethanolamines prepared by the ordinary reaction between ethylene oxide and ammonia.

In the present process, the production proportions of ethanolamines obtained may be different.

The reaction product is sent to a dehydrating tower after separation of unreacted ammonia for the removal of water content, yielding mixed ethanolamines containing mono-, di-, and tri-ethanolamines. Then the mixed ethanolamines are sent to the first distillator for the separation of monoethanolamine by distillation under reduced pressure and then the bottom solution is sent to the second distillator for the separation of diethanolamine by distillation under reduced pressure. In the present process, the bottom solution obtained, that is, crude triethanolamine is supplied to heat treatment equipment for heat treatment.

In the present process, the crude triethanolamine is heat-treated at 170 to 250 °C. Treatment at a temperature lower than 170 °C is impractical because it takes a long time to heat-treat the substance and sufficient effects cannot be expected. If the temperature exceeds 250 °C, the quality of the substance all the more deteriorates due to additional coloring caused by the pyrolysis products.

The heat treatment period is one to ten hours. As far as the temperature is in an appropriate range, if the heat treatment temperature is low, the heating time can be prolonged, and if the temperature is high, the time can be shortened. It is, in particular, preferred that the temperature and time for the heat treatment are 190 to 210 °C and 5 to 2 hours, respectively.

The heat treatment can be performed under pressure, at an ordinary pressure or under reduced pressure.

The present heat treatment can be conducted either in a batchwise or continuous system.

No complicated equipment is required for the present heat treatment, but any boiler-type equipment with an exchanger, a jacket or an inner coil can be used as far as it enables retention for a prescribed time. In the continuous system, however, a uniform effect may not be obtained due to the short path, in particular, if the mixed flow type is applied. Therefore, the plug flow type is preferred. In the case of batchwise operation, stirring or pump circulation brings about favorable effects.

The crude triethanolamine thus heat treated is sent to the third distillator for distillation under reduced pressure in order to obtain high-quality purified triethanolamine.

The present process may be conducted by combining the batchwise heating treatment and the batchwise distillation as follows: The bottom solution of the second distillator is supplied to a batchwise distillation tower pot, heated while being circulated to a reboiler for heat treatment under the fixed conditions, and subsequently distilled under reduced pressure for the separation of low boiling components, separating triethanolamine by distillation.

It is further required in the present process that the heating treatment and the subsequent distillation under reduced pressure are carried out with oxygen stopped. It is essential for attaining the present purpose that leaking of air into the heat treatment equipment, the distillation tower for distillation of triethanolamine under reduced pressure, and other devices be prevented. It is also required that the air in the equipment and devices is thoroughly replaced with nitrogen or other gas in order to eliminate oxygen gas before using them.

It has conventionally been pointed out that triethanolamine is susceptible to heat and, therefore, easily degraded when heated to a high temperature for a long period of time, and that the distillate obtained under the condition of 190 °C or higher considerably colors and changes in the properties with time. However, the triethanolamine obtained by the present process, which comprises treatment at a high temperature and distillation under reduced pressure with oxygen strictly stopped, is of high quality, exhibits good hues, and hardly colors when neutralized with an acid, showing little change in the properties with time.

[Examples]

The following Examples and Comparison Examples illustrate the present invention in

more detail.

Example 1:

Ethyleneoxide was allowed to react with 30 wt.-% aqueous ammonia solution at a molar ratio of 1 : 3 under pressure at 60 °C in an ethanolamine preparation plant. After removal of unreacted ammonia, the reaction solution was dehydrated in order to obtain mixed ethanolamines. Separation of monoethanolamine and diethanolamine by distillation under reduced pressure provided crude triethanolamine, as bottom solution, comprising 95 to 96 wt.-% of triethanolamine with the balance being occupied with diethanolamine and trace amounts of high-boiling substances. The crude triethanolamine obtained was subjected to the following treatment.

As heat treatment equipment there was used a 2-l stainless autoclave equipped with an inlet and an outlet for nitrogen and a stirrer. The distillator comprised a glass Widmer column, 3 cm in diameter and 50 cm in height, and a 2-l glass flask equipped with an inlet, an outlet, and a capillary for nitrogen. The autoclave and the equipment for distillation under reduced pressure were directly connected with a duct to transfer the heat-treated crude triethanolamine from the autoclave to the distillator by nitrogen pressure without allowing the substance to touch the air.

To the autoclave the air in which had been replaced with nitrogen for the elimination of oxygen there were introduced 1 kg of the above crude triethanolamine. After further nitrogen substitution for the elimination of oxygen, the contents of the autoclave were pressurized with nitrogen to 0.2 kg/cm² G and then heated to 190 °C for five hours while being stirred. The solution after heat treatment was transferred from the autoclave to the distillatory by nitrogen pressure so that the solution did not contact the air. Then, the solution was distilled under reduced pressure and the distillate at a

temperature of 175 to 178 °C and a pressure of 3 mmHg was separated, yielding 850 g triethanolamine with a purity of 98.7 %. The purified triethanolamine was evaluated for hues (APHA color measurement) and for coloration in neutralization with phosphoric acid. The APHA color index was obtained by measurement of the absorbance at a wavelength of 420 nm with a spectrophotometer using distillation water as control and subsequent conversion of the absorbance to an APHA color index. The degree of coloration in neutralization with phosphoric acid was determined as follows: Into an Erlenmeyer flask with a stopper there were introduced 45 g triethanolamine and then 5 g water. After stirring, 10 g phosphoric acid and 12.5 g propylene glycol were added to the flask and mixed thoroughly. Then, the flask was stoppered and heated in a water bath to 75 °C for 20 minutes. The resulting mixture was determined for absorbance ($-\log T$) at wavelengths of 420 nm and 530 nm with a spectrophotometer using distilled water as control (the same shall apply hereinafter).

The APHA color index of purified triethanolamine obtained was 10 >. The triethanolamine neutralized with phosphoric acid exhibited absorbances of 0.015 and 0.008 at 420 nm and 530 nm, respectively.

Comparison Example 1:

Purified triethanolamine was obtained by the same procedure as followed in Example 1 except that the crude triethanolamine was not heat treated, but simply distilled under reduced pressure. The APHA color index of triethanolamine obtained was 30. The absorbance values of triethanolamine neutralized with phosphoric acid were 0.042 and 0.027 at 420 nm and 530 nm, respectively. These properties were remarkably inferior to those of purified triethanolamine of Example 1.

Examples 2 to 10 and Comparison Example 2:

In Examples 2 to 10 there was followed the procedure of Example 1 except that the heating temperature and time were different from those employed in Example 1.

Tables 1 and 2 list the treatment conditions, the hue index, the results of coloration caused by neutralization with phosphoric acid, acetic anhydride, and sulfuric acid of the purified triethanolamines obtained together with the results of Example 1 and Comparison Example 1. The results of coloration by acid neutralization of the purified triethanolamine obtained in Comparison Example 2 conducted following the procedures of Comparison Example 1 are given in Table 2.

The degree of coloration of triethanolamine neutralized with acetic anhydride was obtained by determination of the absorbances ($-\log T$) at 530 nm and 445 nm using distilled water as control with a spectrophotometer after 30 g triethanolamine combined with 1 ml acetic anhydride were allowed to stand at 80°C for 30 minutes. The degree of the coloration of triethanolamine neutralized with sulfuric acid was obtained by determination of the absorbances ($-\log T$) at 445 nm and 580 nm using distilled water as control with a spectrophotometer after the triethanolamine was diluted with distilled water at a volume proportion of 1 : 1 and subsequently neutralized with 62 wt.-% of sulfuric acid until the pH became 6.5 using a pH meter.

Table 1

	1 加熱処理条件		2 色相	3 リン酸中和着色	
	℃	Hr	APHA	420nm	530nm
4 Example 2	170	6	20	0.030	0.020
5 Example 3	190	1	15	0.020	0.015
6 Example 4		3	10>	0.018	0.009
7 Example 1		5	10>	0.015	0.008
8 Example 5	210	1	10>	0.020	0.011
9 Example 6		3	10>	0.017	0.009
10 Example 7		5	10>	0.015	0.010
11 Example 8	250	1	15	0.025	0.018
12 Example 9		3	20	0.030	0.020
13 Comparison Example 1	14 未処理		30	0.042	0.027

1. Heat treatment conditions

2. Hue

3. Degree of coloration when neutralized with phosphoric acid

4. Example 2

5. Example 3

6. Example 4

7. Example 1

8. Example 5

9. Example 6

10. Example 7

11. Example 8

12. Example 9

13. Comparison Example 1

14. Untreated

Table 2

	1 加温处理条件		2 色 相	3 经水相的中和着色		4 经酸中和着色	
	℃	Hr	APHA	445nm	530nm	445nm	580nm
5 实施例-10	195	3	20	0.021	0.014	0.006	0.001
6 实施例-2	7	未 处 理	30	0.038	0.039	0.015	0.005

1. Heat treatment conditions
2. Hue
3. Degree of coloration when neutralized with acetic anhydride
4. Degree of coloration when neutralized with sulfuric acid
5. Example 10
6. Comparison Example 2
7. Untreated

[Effects of the invention]

The present process enables easy and economical preparation of highly pure triethanolamine of high quality, which is hardly colored when neutralized with an acid and has favorable hues. Triethanolamine prepared by the present process is very favorable as raw material of liquid detergent, body shampoo, cosmetics, etc. because coloration of the compound is prevented without addition of any additive and, therefore, without contamination with impurities.

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A)

昭62-5939

⑫ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)1月12日

C 07 C 91/06
89/04

7162-4H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 酸着色のないトリエタノールアミンの製造方法

⑮ 特 願 昭60-143921

⑯ 出 願 昭60(1985)7月2日

⑰ 発 明 者	菅 原 晴 茂	高石市取石3-4番2-226
⑰ 発 明 者	徳 永 稀 雄	貝塚市堀3-12-1-616
⑰ 発 明 者	田 中 美 鶴	和泉市光明台2-51-1
⑰ 発 明 者	渡 辺 忠 弘	高石市西取石3-16-1 609号
⑰ 発 明 者	菅 原 隆 志	和泉市弥生町3-2番13-302号
⑰ 出 願 人	三井東圧化学株式会社	東京都千代田区霞が関3丁目2番5号
⑰ 代 理 人	弁理士 最上 正太郎	

明 細 書

1. 発明の名称

酸着色のないトリエタノールアミンの製造方法

2. 特許請求の範囲

エチレンオキシドとアンモニアとを反応させてエタノールアミン類を製造する方法において、反応生成物から未反応物、モノエタノールアミンおよびジエタノールアミンを分離して得られる粗トリエタノールアミンを、酸素をしゃ断した条件下に温度170〜250℃で1〜10時間加熱処理した後減圧蒸留することとを特徴とする酸中和の際に着色することのないトリエタノールアミンの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

この発明は、トリエタノールアミンの製造方法に関する。更に詳しくは有機または無機酸により中和した際に異常な発色をしないトリエタノールアミンの製造方法に関する。

〔従来の技術〕

トリエタノールアミンは通常、エチレンオキシドとアンモニア水とを反応させてつくられる。この場合、反応器を出た反応生成物は、未反応のアンモニアを分離した後ストリッパに送り、ここで水分を除去してモノ、ジ、およびトリエタノールアミンを含む混合エタノールアミンを得る。次いでこの混合エタノールアミンを第1蒸留装置に送り減圧蒸留でモノエタノールアミンを分離し、その塔底液を第2蒸留装置に送って減圧蒸留でジエタノールアミンを分離し、更にその塔底液を第3蒸留装置に送って減圧蒸留でトリエタノールアミンを分離する。かくして得られるトリエタノールアミンは普通ジエタノールアミンを4〜10重量%含んでいるため、更に減圧蒸留で再度ジエタノールアミンを分離して精製するか、あるいは別途第2蒸留装置塔底液を次の蒸留装置に送って減圧蒸留で低沸成分を分離し、その塔底液を更に次の蒸留装置で減圧蒸留して高純度のトリエタノールアミンが製造されている。

〔発明が解決しようとする問題点〕

(1)

(2)

(2)

一方トリエタノールアミンは、脂肪酸アミドや高級アルキル硫酸エステルとして化粧品、洗剤、乳化剤などの原料に用いられる。

そのため、高純度が要求されるのは勿論、使用に際し二次的な反応を行わせる際、例えば加水分解、クエン酸、塩酸、リン酸などの有機酸または無機酸で中和するとき、異常な着色を示さないものが要求されている。しかし、従来の製造方法によれば高純度化は可能であるが、色相ならびに酸着色が高くなる傾向にあり、また製造時には低くとも経時変化が大いなど、商品質化は非常に困難であった。また従来の製造方法において高純度、商品質化を達成するためには、低沸留分ならびに高沸留分の分離を十分に行う必要があり、そのため高留留液比を大きくし、且つ分離する留出量または塔底抽出量を増やすなどの操作が必要となる。その結果、製品収量は低下し経済性において不利となるうえにそのわりに酸中和着色の改善効果は得られなかった。

このため酸中和の際に着色の少ない高純度トリ

特開昭62-5939 (2)

エタノールアミンの製造方法として種々の方法が提案されている。例えば特公開41-13978においては蒸留により得られるトリエタノールアミンに、アルカリボロハイドライドを添加混合して処理することによって色相ならびにクエン酸着色を長期に渡って防ぐ方法が開示されているが、添加剤が高価であり、更に少量の添加では処理直後の色相やクエン酸着色の改善効果は認められるが、効果に持続性がなく経時変化を防ぐためには添加量を多くする必要があって製品コストが高くなる弱点がある。

更に、特開昭56-2942においては、減圧蒸留によってトリエタノールアミンを留出させた後すみやかに25～100℃の温度で酸含有ガスと接触させることにより酸中和の際に着色することを防止する方法が開示されている。

しかしこの方法では酸中和着色のうち、加水分解、硫酸などによる着色度の減少効果はあるもののリン酸に対する効果は十分でなくまた通常色相は逆に悪化する等の欠点を有している。

(3)

本発明の目的は以上の観点にたつて、酸中和の際に着色の少ない高純度のトリエタノールアミンの製造方法を提供することにある。

(問題点を解決するための手段)

本発明者は、前記問題点を解決するため鋭意研究を行い、本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明は、

エチレンオキシドとアンモニアとを反応させてエタノールアミン類を製造する方法において、反応生成物から未反応物、モノエタノールアミンおよびジエタノールアミンを分離して得られる粗トリエタノールアミンを、酸液をしゃ断した条件下に温度170～250℃で1～10時間加熱処理した後減圧蒸留することを特徴とする酸中和の際に着色することのないトリエタノールアミンの製造方法である。

本発明の方法を更に詳細に説明する。

本発明の粗トリエタノールアミンはエチレンオキシドとアンモニアの通常の反応で製造されるエタノールアミン類混合物から常法で分離される。

(5)

(4)

本発明の方法では得られたエタノールアミン類の生成比率が異なったものであっても何ら差し支えない。

反応生成物はまず未反応のアジモニアを分離した後、脱水塔に送って水分を除去し、モノー、ジー、およびトリエタノールアミンを含む混合エタノールアミンを得る。次いでこの混合エタノールアミンを第1高留留段で減圧蒸留でモノエタノールアミンを分離し、その塔底液を第2高留留段に送って減圧蒸留でジエタノールアミンを分離する。本発明においてはこゝで得られる塔底液即ち粗トリエタノールアミンを加熱処理装置に供給し加熱処理を行う。

本発明の方法における粗トリエタノールアミンの加熱処理温度は170～250℃であって、加熱温度が170℃未満では加熱処理に長時間を要し実用的でなくしかも十分な効果を期待する事ができず、また250℃を超えると熱分解による生成物が原因となる新たな着色によりかえって品質が悪化する。

(6)

(3)

特開昭62-5939 (3)

加熱処理時間は1～10時間であって、適度な温度範囲においては加熱処理温度が低ければ加熱時間を長くし、高ければ短くすることができる。特に好ましい加熱処理温度は190～210℃で、時間は5～2時間である。

操作圧力は加圧、常圧、減圧いずれでも良く、特に限定はない。

本発明の加熱処理は回分式でも連続式でも実施できる。

また本発明の方法による加熱処理装置は何ら複雑な装置を必要とせず、通常の熱交換器またはジャケットないし内部コイルを有した加熱装置のものであって所定時間の滞留時間を保持できるものであればよい。しかし連続法による場合、混合フロータイプでは時にショートパスにより効果にばらつきが出る恐れがあるので、プラグフローが望ましい。また回分式の場合はかきまぜまたはポンプ循環などにより良好な効果が得られる。

かくして加熱処理を終った粗トリエタノールアミンは第3蒸留装置に送り、減圧蒸留により高品質の精製トリエタノールアミンを得る。

また回分式加熱処理と回分式蒸留とを組み合わせ、例えば次のように実施することも可能である。即ち第2蒸留装置の塔底液を回分式蒸留塔ボットに供給し、リボイラーに循環しながら加熱し所定の条件下で加熱処理後引続き減圧蒸留により低沸点成分を分離し、次いでトリエタノールアミンを留出分離し製造することができる。

本発明の方法では更にこれらの加熱処理およびその後の減圧蒸留を、酸素をシャ断した条件で行うことが必要である。本発明の目的を達するためには加熱処理装置、トリエタノールアミン減圧蒸留塔ならびに付帯設備は空気のもれ込みを防ぐ事が肝要であり、かつまたスタートに際しても装置内は酸素等により十分に置換し酸素ガスを排除したのち使用することが必要である。

従来トリエタノールアミンは熱劣化を受けやすく高温で長時間加熱する事により品質が悪化すると云われており特に190℃以上の条件下では蒸留々出品が着色したり、経時的変化が大きいなど

(7)

の問題が発生するとされていた。しかし本発明の方法により酸素との接触を厳密に防止して高温処理および減圧蒸留して得られるトリエタノールアミンはおどろくべき事に色相が良好で、酸中和着色が殆どなく、更に経時変化も小さい高品質のトリエタノールアミンである。

〔実施例〕

以下本発明を実施例および比較例により具体的に説明する。

実施例-1

エタノールアミン製造プラントにおいて、エチレンオキシドと30重量%アンモニア水溶液をモル比1:3、加圧下に反応温度60℃で反応させ、反応液から未反応のアンモニアを除き、次に脱水して混合エタノールアミンを得。更に減圧蒸留によりモノエタノールアミンおよびジエタノールアミンを分離して塔底液として得られた、トリエタノールアミン95～98重量%および残量はジエタノールアミンと僅かな高沸点物より成る粗トリエタノールアミンを、以下の処理の原料として用い

(9)

(8)

た。

加熱処理装置は真空出入口とかきまぜ機を備えた容量24のステンレス製オートクレーブ、蒸留装置は直径3cm、高さ50cmのガラス製ウイDMA-塔、真空出入口および真空用毛細管を備えた24のガラスフラスコを用い、オートクレーブと減圧蒸留装置は導管で直結して加熱処理後の粗トリエタノールアミンは真空圧によりオートクレーブから減圧蒸留装置に空気に触れることなく移送できる様にした。

オートクレーブは真空で置換して酸素を排除した後、上記粗トリエタノールアミン1kgを装入した。更に真空置換して酸素を排除し、真空で0.2kg/cmGに加圧した後、かきまぜながら190℃に5時間加熱した。加熱処理が終わった液は空気にふれないように真空圧送でオートクレーブから蒸留装置に移送した。次いで減圧で蒸留して175～178℃/3mmHgの留分を分取し、純度98.7%のトリエタノールアミン850gが得られた。この精製トリエタノールアミンにつき色相(A.P

(10)

(4)

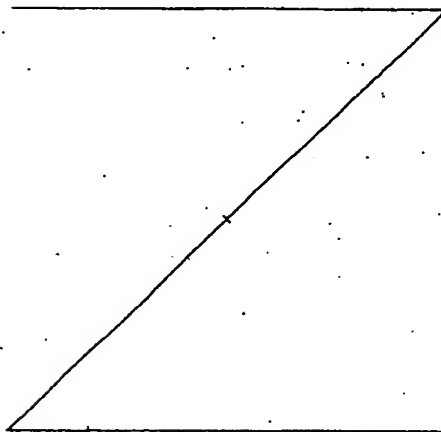
H A) 測定およびリン酸中和着色試験を実施した。こゝに色相 (APHA) とは分光光度計により蒸留水基準で波長 420 nm の吸光度を測定し、APHA に換算した値である。またリン酸中和着色とは次の如く行った値である。すなわちトリエタノールアミン 4.5 g を有栓三角フラスコに蒸留水 5 g を加えてかきまぜ、次いでリン酸 1.0 g、更にプロピレングリコール 12.5 g を加えよく混合し検をして 7.5 の湯浴中で 20 分間加熱した後分光光度計により蒸留水を基準として波長 420 nm および 530 nm における吸光度 ($-\log T$) を測定して求めた。(以下同様。)

得られた精トリエタノールアミンの色相 (APHA) は 10 > であり、リン酸中和着色は 420 nm で 0.015、530 nm で 0.008 であった。

比較例-1
実施例-1 において精トリエタノールアミンの加熱処理を行わずに、減圧蒸留のみを同様に行って精トリエタノールアミンを得た。その色相は 30、リン酸中和着色は 420 nm で 0.042、530 nm

(11)

硫酸により pH メーターを用いて pH 6.5 に中和した後、分光光度計により蒸留水を基準として波長 445 nm および 580 nm における吸光度 ($-\log T$) を測定して求めた値である。



(13)

で 0.027 であって、実施例-1 の精トリエタノールアミンに比べていずれも大きく劣っていた。

実施例-2 ~ 10 および比較例-2

実施例-1 において加熱温度と加熱時間をかえた以外は実施例-1 と同様にして実施例-2 ~ 10 を行った。

表-1 および-2 に処理条件と、得られた精トリエタノールアミンの色相、リン酸中和着色、無水酢酸中和着色および硫酸中和着色の結果を、実施例-1、比較例-1 の結果と併せて要記する。また比較例-1 と同様比較例-2 を行って得られた精トリエタノールアミンの酸中和着色結果を表-2 に示す。

なおこゝに無水酢酸中和着色とは、トリエタノールアミン 30 g に無水酢酸 1 ml を加え 80 ° で 30 分間保持した後分光光度計を用い蒸留水を基準として波長 530 nm および 445 nm における吸光度 ($-\log T$) を測定して求めた値であり、硫酸中和着色とはトリエタノールアミンを蒸留水で 1 : 1 (容量比) に希釈し、これを 6.2 重量%

(12)

表 - 1

	加熱処理条件		色 相 APHA	リン酸中和着色	
	℃	Hr		420nm	530nm
実施例-2	170	6	20	0.030	0.020
実施例-3	190	1	15	0.026	0.015
実施例-4		3	10>	0.018	0.009
実施例-1		5	10>	0.015	0.008
実施例-5	210	1	10>	0.020	0.011
実施例-6		3	10>	0.017	0.009
実施例-7		5	10>	0.015	0.010
実施例-8	250	1	15	0.025	0.018
実施例-9		3	20	0.030	0.020
比較例-1	未 処 理		30	0.042	0.027

(14)

(5)

特開昭62-5939(5)

表 - 2

	加熱処理条件		色 相	無水酢酸中和着色		硫酸中和着色	
	℃	Hr	APHA	445nm	530nm	445nm	580nm
実施例-10	195	3	20	0.021	0.014	0.006	0.001
比較例-2	未 処 理		30	0.038	0.039	0.015	0.005

(15)

(発明の効果)

本発明の方法によれば高純度で酸中和着色の殆んど認められない、しかも色相良好な高品質トリエタノールアミンを容易に且つ経済的に製造することが可能となる。また本発明の方法によるトリエタノールアミンは添加剤による着色防止に比べて包添加で着色防止するため不純物が混入せず、液体洗剤、ボディシャンプー、化粧品等の原料として極めて有利に使用できる。

特許出願人 三井東圧化学株式会社
代 理 人 (7524) 最 上 正 太 郎

(18)